



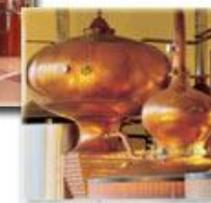
MoNARC : MODULATION DES NOTES AROMATIQUES DES CALVADOS



Source IDAC



Source IDAC





MONARC : MODULATION DES NOTES AROMATIQUES DES CALVADOS

DÉVELOPPEMENTS D'OUTILS POUR LA RÉALISATION DU PROJET MONARC

PATRICK LEGENDRE

COORDINATEUR SERVICE CIDRICOLE ET BRASSICOLE

VALÉRIE BOUCHART

RESPONSABLE DES UNITES SANTÉ PUBLIQUE & LITTORAL

RESPONSABLE CELLULE DÉVELOPPEMENT CHIMIE

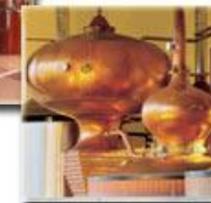
POLE RECHERCHE DÉVELOPPEMENT & INNOVATIONS



Source IDAC



Source IDAC



Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

MONARC

➤ Organisation en 4 axes de travail

- ✓ Lot 2 : Caractérisation de la cible eaux-de-vie blanches
- ✓ Lot 3 : Connaissance de l'impact de la distillation sur les composés volatils
- ✓ Lot 4 : Caractérisation et évolution des cidres de distillation
- ✓ Lot 5 : produire un cidre de distillation pour une eau de vie fruitée

Partenaires



Entreprises

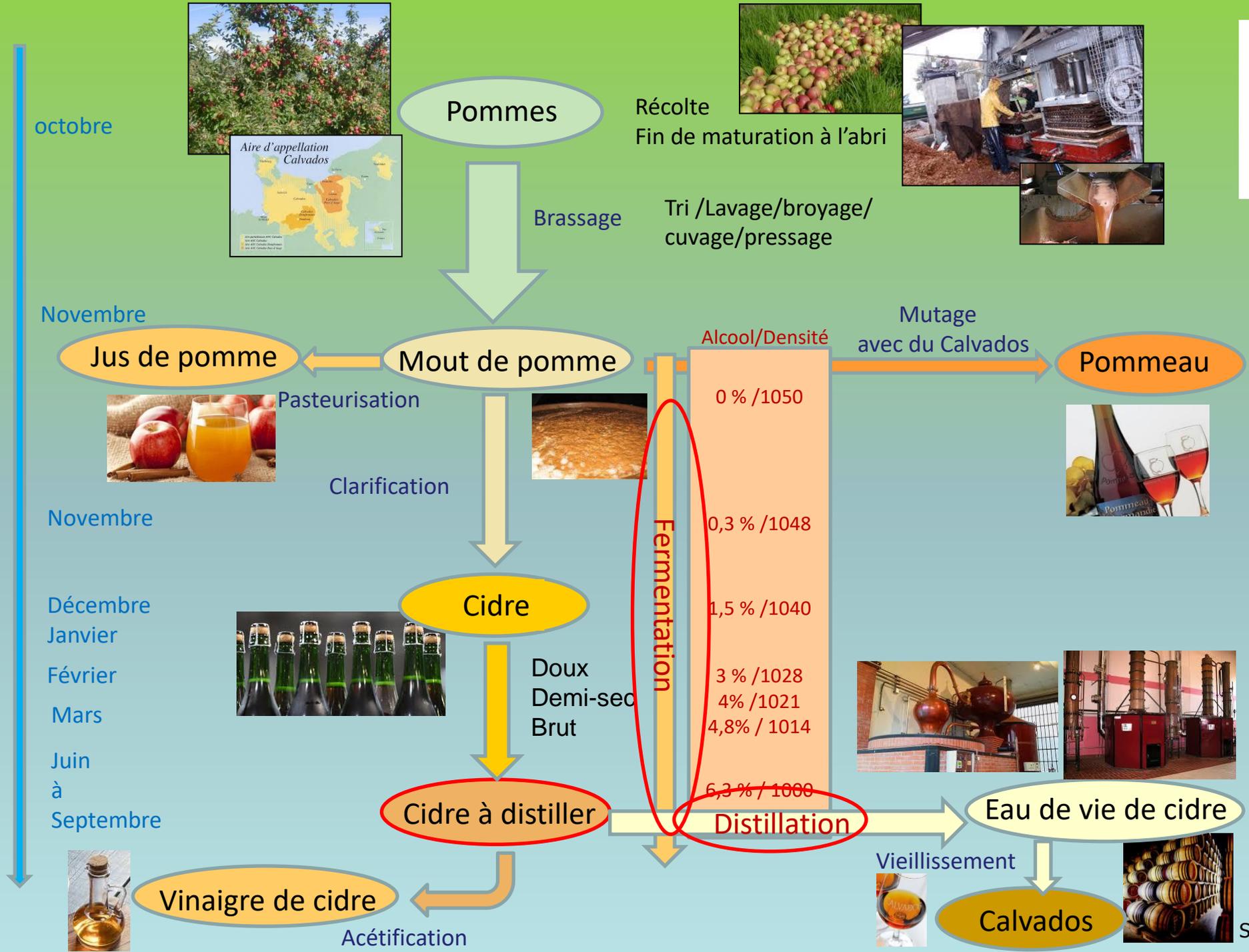


Financiers



Expertise & Prestataires

INRAE, AgroParis Tech, ESA, ARAC



Suivis analytiques dans les différents volets du projet

MoNARC

- ✓ Lot 2 : Caractérisation de la cible eaux-de-vie blanches
 - ↳ Mise en place de jurys d'évaluations sensorielle (prof/expert/conso)
 - ↳ Collecte des eaux de vie : 51 produits
 - ↳ **Caractérisation** sensorielle, **physico-chimique et aromatique des EDV**

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

- ✓ Lot 3 : Connaissance de l'impact de la distillation sur les composés volatils
 - ↳ Bilan matière Cidre à distiller – Eau de vie
 - ↳ Etude des pratiques de recyclage : têtes / queues
 - ↳ Lien composition cidre/EDV
 - ↳ Comparaison Micro-distillat /EDV
 - ↳ Dosage des composés volatils dans les différentes fractions
 - ↳ Caractérisation sensorielle et physico-chimique des EDV



Suivis analytiques dans les différents volets du projet

- ✓ Lot 4 Caractérisation des cidres de distillation dans le process actuel en observation terrain en flore non contrôlées
 - ↳ Fermentation et maturation
 - ↳ Collecte des mouts
 - ↳ Suivi des fermentation chez le producteur et à l'ARAC
 - ↳ **Analyses physico-chimiques**
 - ↳ Analyses microbiologiques
- ✓ Distillation chez le producteur et à l'ARAC (Lot 3)

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

- 
- ✓ Lot 5 produire un cidre de distillation pour une eau de vie fruitée
 - ↳ Maximiser les composés d'intérêt
 - ↳ Conserver les composés d'intérêt
 - ↳ Limiter les composés à impact négatif et/ou leurs précurseurs (acroléine, phénols volatils, acetaldehyde)

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

5 Analyses physicochimiques pour le suivi de la fermentation



Paramètres	Méthodes
Masse volumique	Densimétrie électronique
Sucres fermentescibles : Glucose, fructose, saccharose	HPLC-RID
Autres sucres : Glycérol, Sorbitol	HPLC-RID
Acidité totale	Titrimétrie
Acidité volatile	Distillation par entraînement à la vapeur + titrimétrie
pH	pH-mètre
Azote réel	Kjeldhal
Acide malique	Méthode enzymatique
Acides lactiques	Méthode enzymatique
Titre alcoométrique volumique	Distillation par entraînement à la vapeur + densimétrie électronique

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

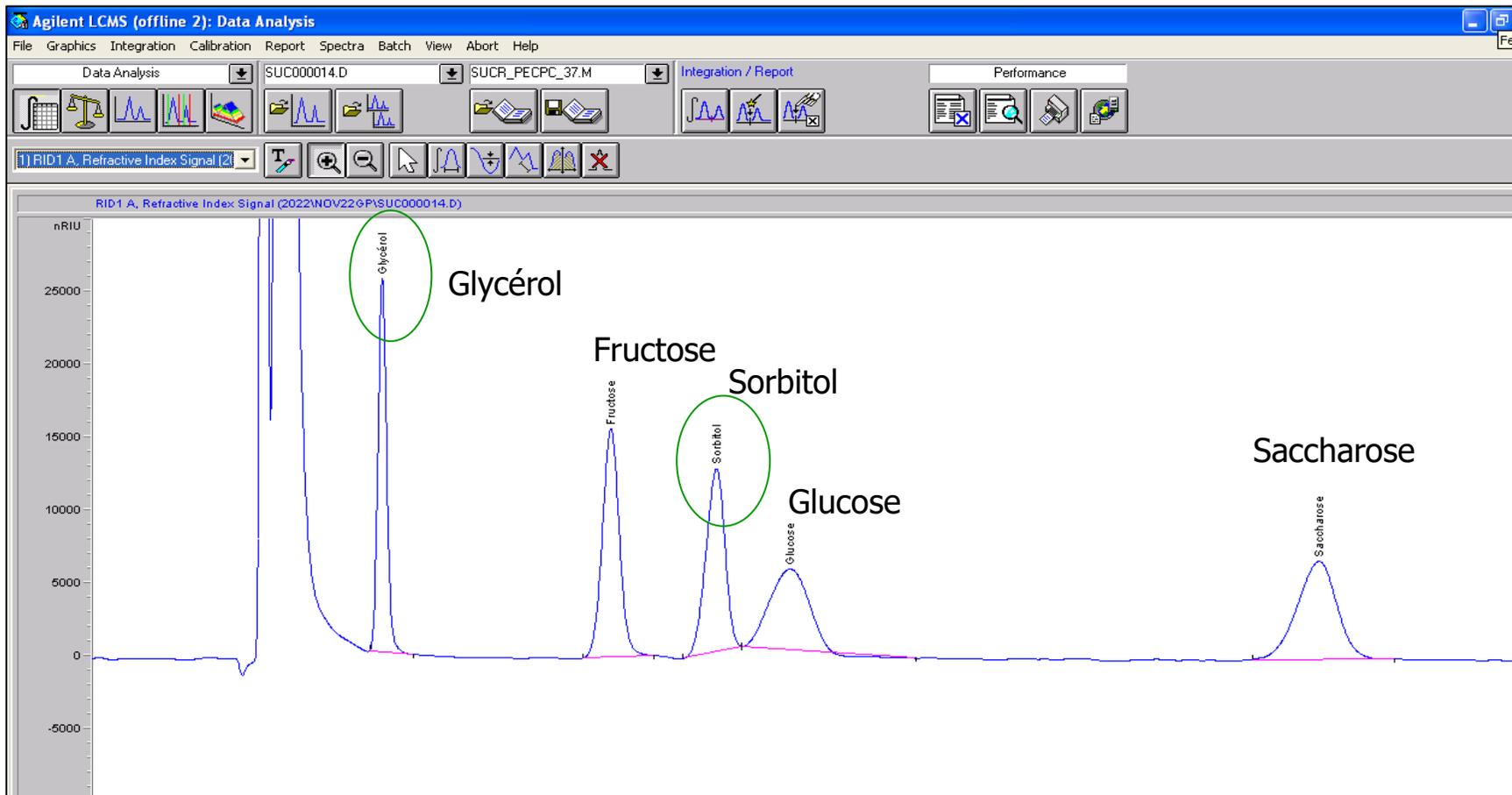
5 Analyses physicochimiques pour le suivi de la fermentation



Paramètres	Méthodes
Masse volumique	Densimétrie électronique
Sucres fermentescibles : Glucose, fructose, saccharose	HPLC-RID
Autres sucres : Glycérol, Sorbitol	HPLC-RID
Acidité totale	Titrimétrie
Acidité volatile	Distillation par entraînement à la vapeur + titrimétrie
pH	pH-mètre
Azote réel	Kjeldhal
Acide malique	Méthode enzymatique
Acides lactiques	Méthode enzymatique
Titre alcoométrique volumique	Distillation par entraînement à la vapeur + densimétrie électronique

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3 Analyses physicochimiques pour le suivi de la fermentation



- ✓ Ajout de 2 sucres
- ✓ Adaptation des solutions de calibration
- ✓ Définition des limites de quantification
 - 0,05 à 0,10 g/hl AP
- ✓ Validation de la méthode

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

- 
- ↳ Analyses physico-chimiques pour suivi de la fermentation
 - ↳ **Analyse des composés aromatiques sur les différentes fractions lors de l'élaboration du calvados**

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

🌀 Analyse des composés aromatiques sur les différentes fractions lors de l'élaboration du calvados

🌀 Marqueurs de la qualité

	Descripteur	Lien	Occurrence
2-méthylbutanoate d'éthyle	Fruité, pomme	Typicité, Qualité	Calvados ; Pays d'Auge
3-méthylpropionate d'éthyle	Fruité	Typicité	Calvados
3-hydroxybutyrate d'éthyle	Fruité, vert	Typicité	Pays d'Auge
4-vinyl anisol	Floral	Typicité, Qualité	Calvados ; Pays d'Auge
Acétate de butyle	Pomme, banane	Qualité	Calvados ; Pays d'Auge
Acétate d'hexyle	Fruité, poire	Qualité	Calvados ; Pays d'Auge
Acétate d'isoamyle	Fruité, banane	Typicité, Qualité	Calvados ; Pays d'Auge
Acide 3-méthylbutanoïque	Rance	Typicité	Calvados
Acide propanoïque	Rance	Typicité	Calvados
Caprylate d'isoamyle	Fruité, vert	Typicité	Calvados ; Pays d'Auge
Caprylate de phényléthyle	Cire, vineux	Typicité	Calvados ; Pays d'Auge
Cis hex-3-en-1-ol	Herbe coupée	Typicité, Qualité	Calvados
Décanal	Cuit, orange	Typicité	Calvados
Hexanol	Fruité, végétal	Typicité, Qualité	Calvados ; Pays d'Auge ; Domfrontais
Isobutanal	Beurre, végétal	Typicité	Pays d'Auge
Isobutyrate d'éthyle	Fruité	Typicité	Pays d'Auge
Méthyl-2-propanol-1	Fruité, solvant	Typicité, Qualité	Calvados ; Pays d'Auge
Méthyl-3-butèn-1-ol	Herbacé	Typicité	Pays d'Auge
Oct-1-èn-3-one	Champignon	Typicité, Qualité	Calvados
Octéno	Champignon	Typicité	Domfrontais
Phényl-2-éthanol	Floral, rose	Typicité, Qualité	Calvados
Stéarate d'éthyle	Cireux	Typicité	Domfrontais

IDAC, 2010 – Favoriser l'expression fruitée et réduire l'agressivité des Calvados, dynamique d'apparition des composés volatils

Guichard et al. (2003). Chemical and Sensorial Aroma Characterization of Freshly Distilled Calvados Part 1. JAFAC, 51, 424-432

Ledauphin et al (2003). Chemical and Sensorial Aroma Characterization of Freshly Distilled Calvados Part 2. JAFAC, 51, 433-442

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

- 
- ↳ Analyses physico-chimiques pour suivi de la fermentation
 - ↳ Analyse des composés aromatiques sur les différentes fractions lors de l'élaboration du calvados
 - ↳ mout au différentes phases de la fermentation
 - ↳ différentes fractions de distillation
 - ↳ Distillat
 - ↳ produit fini

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

- 
- ↳ Analyses physico-chimiques pour suivi de la fermentation
 - ↳ Analyse des composés aromatiques sur les différentes fractions lors de l'élaboration du calvados
 - ↳ mout au différentes phases de la fermentation
 - ↳ différentes fractions de distillation
 - ↳ Distillat
 - ↳ produit fini
 - ↳ Nouvelles méthodes d'analyses nécessaires ou ajout de molécules dans protocoles existants

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

Composés volatils : Lots 2 / 3 / 4

➤ Analyse CPG - Autocontrôle

GC-FID

Ethanal
Isobutanol
Formiate d'éthyle
Acroléine
Acétate d'éthyle
Acétal
Méthanol
Butanol-2
Propanol-1
Isobutanol
Alcool allylique
Butanol-1
Méthyl-2 butanol-1
Méthyl-3 butanol-1
1-Pentanol
Lactate d'éthyle
Hexanol-1
Cis-3-hexenol
1-Octèn-3-ol
Furfural
Ethyl-3-hydroxyutyrate
Ethyl furoate
Acétate de phényléthyle
Phényl-2 éthanol

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

Composés volatils : Lots 2 / 3 / 4

3-pentanol	Nonanal
Ethyl propionate	4-vinyl anisol
Ethyl isobutyrate	Ethyl benzoate
Isobutyl acetate	Succinate d'éthyle
Ethyl butyrate	Ethyl caprylate
Butyl acetate	Decanal
Ethyl 2-methylbutyrate	2-phenylethyl acetate
Ethyl isovalerate	Ethyl caprate
Isoamyl acetate	Isoamyl caprylate
Ethyl valerate	Isobutyl caprate
Pentyl acetate	Ethyl laurate
6-methyl-5-hepten-2-ol	Isoamyl caprate
Ethyl caproate	Phenylethyl caproate
Cis-hexenyl acetate	Ethyl myristate
Hexyl acetate	Isoamyl laurate
1-Octanol	Phenylethyl caprylate
Ethyl heptanoate	Ethyl palmitate
Ethyl-2-hydroxycaproate	Ethyl stearate
Ethyl 3-(methylthio)propionate	

Extraction liquide/liquide + GC-MS

GC-FID

Ethanal
Isobutanal
Formiate d'éthyle
Acroléine
Acétate d'éthyle
Acétal
Méthanol
Butanol-2
Propanol-1
Isobutanol
Alcool allylique
Butanol-1
Méthyl-2 butanol-1
Méthyl-3 butanol-1
1-Pentanol
Lactate d'éthyle
Hexanol-1
Cis-3-hexenol
1-Octèn-3-ol
Furfural
Ethyl-3-hydroxyutyrate
Ethyl furoate
Acétate de phényléthyle
Phényl-2 éthanol

Ethylcatéchol
Vinylphénol
Vinylguaiaacol
Ethylphénol
Ethylguaiaacol

HPLC-UVDAD

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3-pentanol
Ethyl propionate
Ethyl isobutyrate
Isobutyl acetate
Ethyl butyrate
Butyl acetate
Ethyl 2-methylbutyrate
Ethyl isovalerate
Isoamyl acetate
Ethyl valerate
Pentyl acetate
6-methyl-5-hepten-2-ol
Ethyl caproate
Cis-hexenyl acetate
Hexyl acetate
1-Octanol
Ethyl heptanoate
Ethyl-2-hydroxycaproate
Ethyl 3-(methylthio)propionate

Extraction liquide/liquide + GC-MS

Nonanal
4-vinyl anisol
Ethyl benzoate
Succinate d'éthyle
Ethyl caprylate
Decanal
2-phenylethyl acetate
Ethyl caprate
Isoamyl caprylate
Isobutyl caprate
Ethyl laurate
Isoamyl caprate
Phenylethyl caproate
Ethyl myristate
Isoamyl laurate
Phenylethyl caprylate
Ethyl palmitate
Ethyl stearate

GC-FID

Ethanal
Isobutanal
Formiate d'éthyle
Acroléine
Acétate d'éthyle
Acétal
Méthanol
Butanol-2
Propanol-1
Isobutanol
Alcool allylique
Butanol-1
Méthyl-2 butanol-1
Méthyl-3 butanol-1
1-Pentanol
Lactate d'éthyle
Hexanol-1
Cis-3-hexenol
1-Octèn-3-ol
Furfural
Ethyl-3-hydroxybutyrate
Ethyl furoate
Acétate de phényléthyle
Phényl-2 éthanol

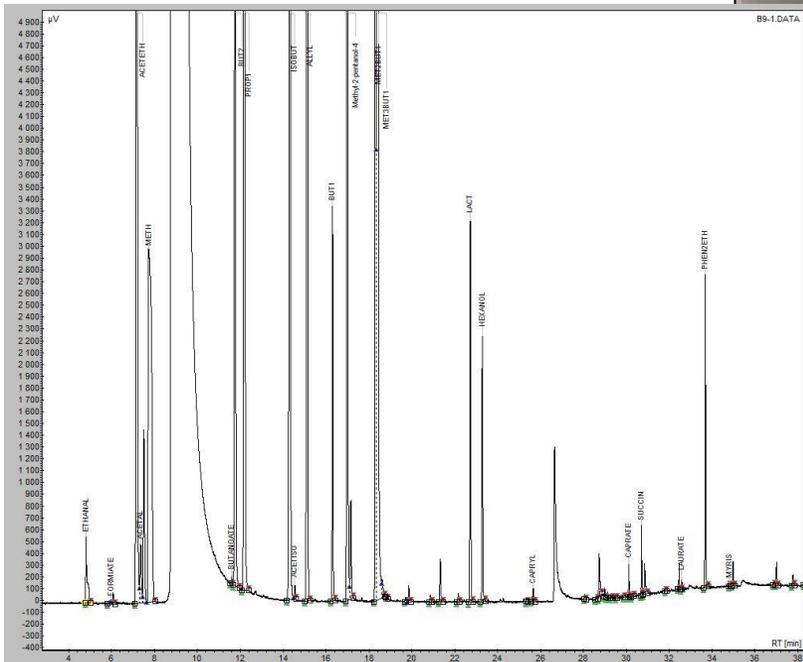
Ethylcatéchol
Vinylphénol
Vinylguaïacol
Ethylphénol
Ethylguaïacol

HPLC-UVDAD

- ✓ Ajout de nouvelles molécules
- ✓ Matrices très différentes
- ✓ Validation des méthodes

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

- ✓ Analyse en injection directe de l'échantillon brut ou après distillation (extrait sec >1g/L)
- ✓ Ajustement du TAV à 40 % de l'échantillon si nécessaire
 - dilution ou ajout d'éthanol



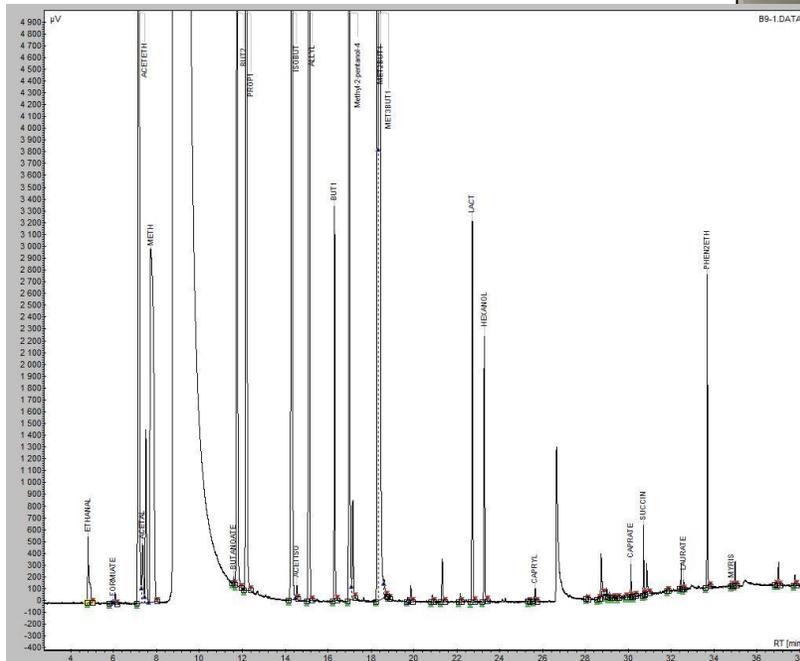
GC-FID

Ethanal
Isobutanol
Formiate d'éthyle
Acroléine
Acétate d'éthyle
Acétal
Méthanol
Butanol-2
Propanol-1
Isobutanol
Alcool allylique
Butanol-1
Méthyl-2 butanol-1
Méthyl-3 butanol-1
1-Pentanol
Lactate d'éthyle
Hexanol-1
Cis-3-hexenol
1-Octèn-3-ol
Furfural
Ethyl-3-hydroxyutyrate
Ethyl furoate
Acétate de phényléthyle
Phényl-2 éthanol



Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

- ✓ Analyse en injection directe de l'échantillon brut ou après distillation (extrait sec >1g/L)
- ✓ Ajustement du TAV à 40 % de l'échantillon si nécessaire
 - dilution ou ajout d'éthanol



GC-FID

Ethanal
Isobutanol
Formiate d'éthyle
Acroléine
Acétate d'éthyle
Acétal
Méthanol
Butanol-2
Propanol-1
Isobutanol
Alcool allylique
Butanol-1
Méthyl-2 butanol-1
Méthyl-3 butanol-1
1-Pentanol
Lactate d'éthyle
Hexanol-1
Cis-3-hexenol
1-Octèn-3-ol
Furfural
Ethyl-3-hydroxyutyrate
Ethyl furoate
Acétate de phényléthyle
Phényl-2 éthanol

- ✓ Ajout de 3 nouvelles molécules
- ✓ Préparation des solutions de calibration avec ajout de
 - 1 pentanol
 - 1-Octèn-3-ol
 - Ethyl-3-hydroxyutyrate
- ✓ Définition des limites de quantification
 - 0,05 à 0,10 g/hl AP
- ✓ Validation de la méthode

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3-pentanol

Ethyl propionate

Ethyl isobutyrate

Isobutyl acetate

Ethyl butyrate

Butyl acetate

Ethyl 2-methylbutyrate

Ethyl isovalerate

Isoamyl acetate

Ethyl valerate

Pentyl acetate

6-methyl-5-hepten-2-ol

Ethyl caproate

Cis-hexenyl acetate

Hexyl acetate

1-Octanol

Ethyl heptanoate

Ethyl-2-hydroxycaproate

Ethyl 3-(methylthio)propionate

Nonanal

4-vinyl anisol

Ethyl benzoate

Succinate d'éthyle

Ethyl caprylate

Decanal

2-phenylethyl acetate

Ethyl caprate

Isoamyl caprylate

Isobutyl caprate

Ethyl laurate

Isoamyl caprate

Phenylethyl caproate

Ethyl myristate

Isoamyl laurate

Phenylethyl caprylate

Ethyl palmitate

Ethyl stearate

Extraction liquide/liquide + GC-MS

GC-FID

Ethanal

Isobutanal

Formiate d'éthyle

Acroléine

Acétate d'éthyle

Acétal

Méthanol

Butanol-2

Propanol-1

Isobutanol

Alcool allylique

Butanol-1

Méthyl-2 butanol-1

Méthyl-3 butanol-1

1-Pentanol

Lactate d'éthyle

Hexanol-1

Cis-3-hexenol

1-Octèn-3-ol

Furfural

Ethyl-3-hydroxyutyrate

Ethyl furoate

Acétate de phényléthyle

Phényl-2 éthanol

Ethylcatéchol

Vinylphénol

Vinylguaiaacol

Ethylphénol

Ethylguaiaacol

HPLC-UVDAD

- ✓ Ajout de nouvelles molécules
- ✓ Matrices très différentes
- ✓ Validation des méthodes

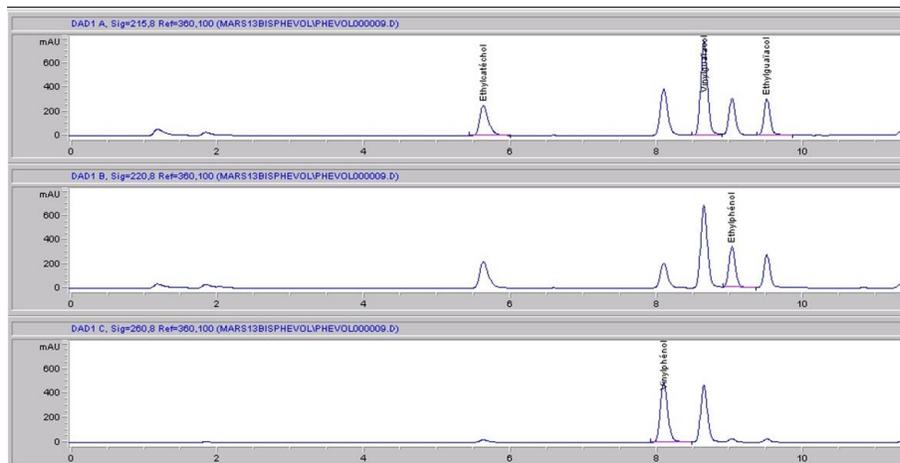
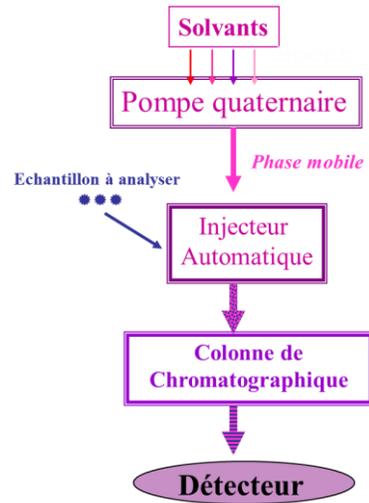
Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

Composés volatils : Lots 2 / 3 / 4 – Phénols volatils

- ✓ Analyse des échantillons après dilution (d2 /d4) et filtration

Ethylcatéchol
Vinylphénol
Vinylguaïacol
Ethylphénol
Ethylguaïacol

HPLC-UV/DAD



Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

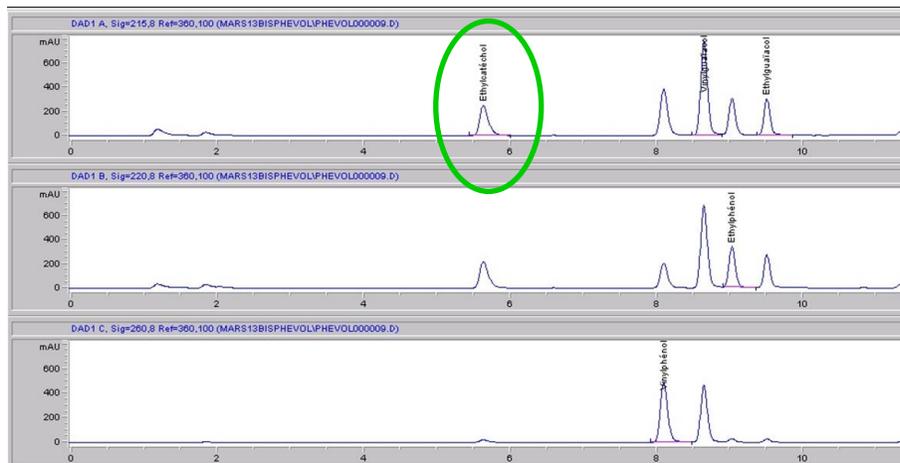
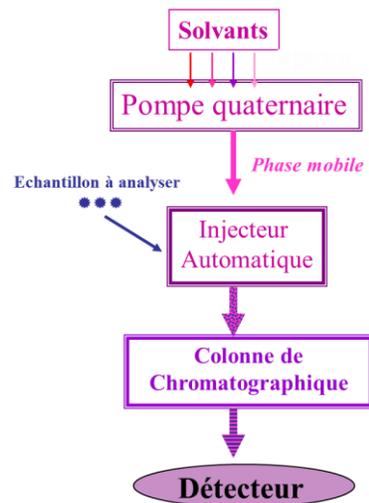
Composés volatils : Lots 2 / 3 / 4 – Phénols volatils

- ✓ Analyse des échantillons après dilution (d2 /d4) et filtration

Ethylcatéchol
Vinylphénol
Vinylguaïacol
Ethylphénol
Ethylguaïacol

HPLC-UVDAD

- ✓ Préparation des solutions de calibration avec addition de
 - Ethylcatéchol (fumé / camphre)
- ✓ Ajustement des conditions d'analyse
- ✓ Distillation pas adaptée pour tous les produits
- ✓ Définition des limites de quantification
 - 0,10 mg/L cidre
 - 0,20 mg/L calvados



✓ Bilan de l'étude de l'exactitude pour le paramètre Ethylphénol Calva

Niveaux	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Valeur de référence	4,200	4,80	16,0
Écart Maximal Acceptable en %	30%	15%	10%
Fidélité			
Écart-type de répétabilité (s _{rep})	0,023	0,112	0,236
Écart-type de fidélité (s _{fdl})	0,023	0,181	0,408
Coefficient de variation de répétabilité (CV _{rep})	11,99%	2,33%	1,45%
Coefficient de variation de fidélité (CV _{fdl})	11,99%	4,44%	2,51%
Estimation des incertitudes avec la norme NF ISO 11352	26,6%	10,5%	6,2%
Justesse			
Valeur moyenne estimée	8,1916055	4,087204	16,2501884
Biais (%)	-4,2%	2,2%	1,6%
Conclusion sur le biais	négligeable	négligeable	négligeable
Etude de l'exactitude avec la T90-210			
Limite haute d'acceptabilité	0,2600	4,6000	17,6000
Limite haute de tolérance	0,2375	4,4500	17,0500
Limite basse de tolérance	0,1457	3,7249	15,4343
Limite basse d'acceptabilité	0,1400	3,4000	14,4000
Conclusion : l'exactitude de la méthode est	vérifiée	vérifiée	vérifiée

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3-pentanol

Ethyl propionate

Ethyl isobutyrate

Isobutyl acetate

Ethyl butyrate

Butyl acetate

Ethyl 2-methylbutyrate

Ethyl isovalerate

Isoamyl acetate

Ethyl valerate

Pentyl acetate

6-methyl-5-hepten-2-ol

Ethyl caproate

Cis-hexenyl acetate

Hexyl acetate

1-Octanol

Ethyl heptanoate

Ethyl-2-hydroxycaproate

Ethyl 3-(methylthio)propionate

Nonanal

4-vinyl anisol

Ethyl benzoate

Succinate d'éthyle

Ethyl caprylate

Decanal

2-phenylethyl acetate

Ethyl caprate

Isoamyl caprylate

Isobutyl caprate

Ethyl laurate

Isoamyl caprate

Phenylethyl caproate

Ethyl myristate

Isoamyl laurate

Phenylethyl caprylate

Ethyl palmitate

Ethyl stearate

Extraction liquide/liquide + GC-MS

GC-FID

Ethanal

Isobutanal

Formiate d'éthyle

Acroléine

Acétate d'éthyle

Acétal

Méthanol

Butanol-2

Propanol-1

Isobutanol

Alcool allylique

Butanol-1

Méthyl-2 butanol-1

Méthyl-3 butanol-1

1-Pentanol

Lactate d'éthyle

Hexanol-1

Cis-3-hexenol

1-Octèn-3-ol

Furfural

Ethyl-3-hydroxyutyrate

Ethyl furoate

Acétate de phényléthyle

Phényl-2 éthanol

Ethylcatéchol

Vinylphénol

Vinylguaiacol

Ethylphénol

Ethylguaiacol

HPLC-UVDAD

- ✓ Ajout de nouvelles molécules
- ✓ Matrices très différentes
- ✓ Validation des méthodes

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3-pentanol	Nonanal
Ethyl propionate	4-vinyl anisol
Ethyl isobutyrate	Ethyl benzoate
Isobutyl acetate	Succinate d'éthyle
Ethyl butyrate	Ethyl caprylate
Butyl acetate	Decanal
Ethyl 2-methylbutyrate	2-phenylethyl acetate
Ethyl isovalerate	Ethyl caprate
Isoamyl acetate	Isoamyl caprylate
Ethyl valerate	Isobutyl caprate
Pentyl acetate	Ethyl laurate
6-methyl-5-hepten-2-ol	Isoamyl caprate
Ethyl caproate	Phenylethyl caproate
Cis-hexenyl acetate	Ethyl myristate
Hexyl acetate	Isoamyl laurate
1-Octanol	Phenylethyl caprylate
Ethyl heptanoate	Ethyl palmitate
Ethyl-2-hydroxycaproate	Ethyl stearate
Ethyl 3-(methylthio)propionate	

**Extraction liquide/liquide +
analyse GC-MS**

- Extraction et concentration des composés aromatiques
- Méthode plus sensible /Injection Directe CPG-FID
- Composés aromatiques en faible concentration

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3-pentanol	Nonanal
Ethyl propionate	4-vinyl anisol
Ethyl isobutyrate	Ethyl benzoate
Isobutyl acetate	Succinate d'éthyle
Ethyl butyrate	Ethyl caprylate
Butyl acetate	Decanal
Ethyl 2-methylbutyrate	2-phenylethyl acetate
Ethyl isovalerate	Ethyl caprate
Isoamyl acetate	Isoamyl caprylate
Ethyl valerate	Isobutyl caprate
Pentyl acetate	Ethyl laurate
6-methyl-5-hepten-2-ol	Isoamyl caprate
Ethyl caproate	Phenylethyl caproate
Cis-hexenyl acetate	Ethyl myristate
Hexyl acetate	Isoamyl laurate
1-Octanol	Phenylethyl caprylate
Ethyl heptanoate	Ethyl palmitate
Ethyl-2-hydroxycaproate	Ethyl stearate
Ethyl 3-(methylthio)propionate	

**Extraction liquide/liquide +
analyse GC-MS**

- Extraction et concentration des composés aromatiques
- Méthode plus sensible /Injection Directe CPG-FID
- Composés aromatiques en faible concentration

2-phenylethylacetate :

Cidres/moût : 0 à 1 mg/L

Microdistillats : 0,1 à 5 mg/L

Acétate d'éthyle :

Cidres/moût : 5 à 450 mg/L

Microdistillats : 200 à 10 000 mg/L

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3-pentanol	Nonanal
Ethyl propionate	4-vinyl anisol
Ethyl isobutyrate	Ethyl benzoate
Isobutyl acetate	Succinate d'éthyle
Ethyl butyrate	Ethyl caprylate
Butyl acetate	Decanal
Ethyl 2-methylbutyrate	2-phenylethyl acetate
Ethyl isovalerate	Ethyl caprate
Isoamyl acetate	Isoamyl caprylate
Ethyl valerate	Isobutyl caprate
Pentyl acetate	Ethyl laurate
6-methyl-5-hepten-2-ol	Isoamyl caprate
Ethyl caproate	Phenylethyl caproate
Cis-hexenyl acetate	Ethyl myristate
Hexyl acetate	Isoamyl laurate
1-Octanol	Phenylethyl caprylate
Ethyl heptanoate	Ethyl palmitate
Ethyl-2-hydroxycaproate	Ethyl stearate
Ethyl 3-(methylthio)propionate	

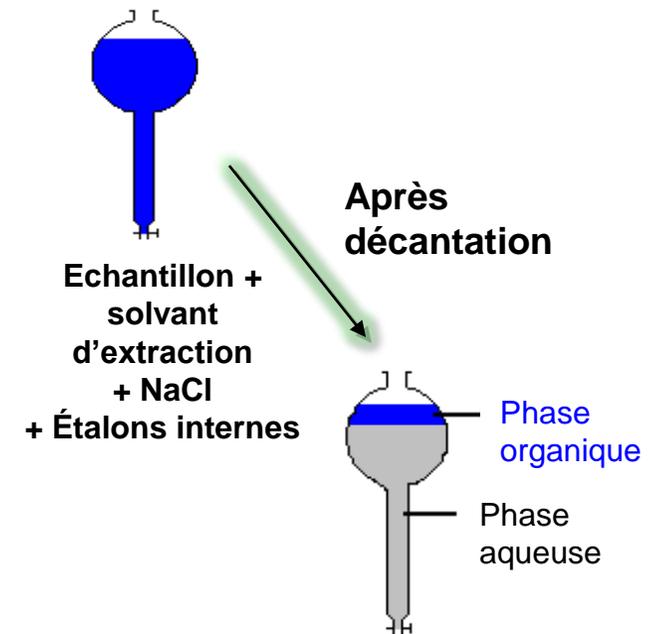
Extraction liquide/liquide +
analyse GC-MS

- ✓ Ajout de 7 nouvelles molécules
 - Ajustement méthode chromatographique
 - Nouveaux paramètres de spectrométrie de masse
- ✓ Matrices très différentes (Moût, cidre, brouillis, coupes, distillat, calvados..)
 - ✓ Problème d'émulsion lors de l'extraction liquide/liquide
 - ✓ Ajustement nécessaire du taux d'alcool pour le dosage
 - **Nouveau développement nécessaire pour l'étape d'extraction**

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

➤ Nouveau développement nécessaire pour l'étape d'extraction

- ✓ Bibliographie
- ✓ Test sur d'autres solvants
- ✓ Test pectinase
- ✓ Distillation pour extraire les composés d'intérêt de la matrice (Mout, jus, cidres et résidus de distillation de type cidrasse)
 - ✓ Dilution de l'échantillon à 7,7 % d'alcool
 - ✓ Extraction liquide /liquide DCM/Pentane 1 vol/2 vol + ajout de NaCl
- ✓ Gammes extraites pour imiter les effets matrice et la prise en compte des rendements d'extraction
- ✓ Validation de la méthode selon la norme NF T90-210



Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

3-pentanol

Ethyl propionate

Ethyl isobutyrate

Isobutyl acetate

Ethyl butyrate

Butyl acetate

Ethyl 2-methylbutyrate

Ethyl isovalerate

Isoamyl acetate

Ethyl valerate

Pentyl acetate

6-methyl-5-hepten-2-ol

Ethyl caproate

Cis-hexenyl acetate

Hexyl acetate

1-Octanol

Ethyl heptanoate

Ethyl-2-hydroxycaproate

Ethyl 3-(methylthio)propionate

Nonanal

4-vinyl anisol

Ethyl benzoate

Succinate d'éthyle

Ethyl caprylate

Decanal

2-phenylethyl acetate

Ethyl caprate

Isoamyl caprylate

Isobutyl caprate

Ethyl laurate

Isoamyl caprate

Phenylethyl caproate

Ethyl myristate

Isoamyl laurate

Phenylethyl caprylate

Ethyl palmitate

Ethyl stearate

Extraction liquide/liquide

+ analyse GC-MS

➤ **37 molécules**

Outils pour les suivis dans les différents volets du projet

- ↳ Analyses physicochimiques pour suivi de la fermentation
- ↳ Analyse des composés aromatiques sur les différentes fractions lors de l'élaboration du calvados mout au différentes phases de la fermentation/différentes fractions de distillation/distillat/produit fini
- ↳ Nouvelles méthodes d'analyses nécessaires ou ajout de molécules dans protocoles existants

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

- ✓ Lot 4 Caractérisation des cidres de distillation dans le process actuel en observation terrain en flore non contrôlées
 - ↳ Fermentation et maturation
 - ↳ Collecte des mouts
 - ↳ Suivi des fermentation chez le producteur et à l'ARAC
 - ↳ **Analyses physico-chimiques**
 - ↳ Analyses microbiologiques
- ✓ Distillation chez le producteur et à l'ARAC (Lot 3)

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

Lot 4

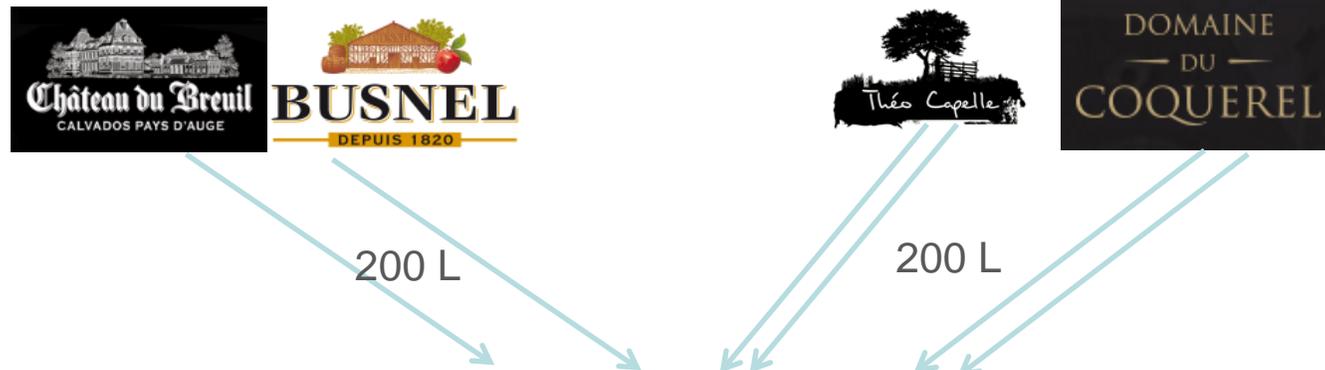
2 campagnes de prélèvements

➤ 2017/2018

6 cuves suivies cuves chez 4 producteurs

1 cuve/producteur

2 cuves/producteur



6 cuves issues des producteurs suivies à l'ARAC

➔ 12 cuves suivies

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

Lot 4

2 campagnes de prélèvements

➤ 2018/2019

4 cuves suivies chez 3 producteurs

1 cuve/producteur



200 L

2 cuves/producteur



200 L

4 cuves issues des producteurs suivies à l'ARAC

➔ 8 cuves suivies

Suivis analytiques dans les différents volets du projet

Lot 4

Suivi Hebdomadaire puis Bi-mensuel (fin FA) cuves ARAC et chez les producteurs:

- ✓ mesure pH, masse volumique + échantillonnage



Entreprise Coquerel



Suivis analytiques dans les différents volets du projet

Lot 4

Mesures sur points clés

- T0 Moût ➤ selon producteur) oct/nov
- T1 sem
- T 3 sem (Cahier des charges AOC
➔ fermentation min 22 j)
- Fin de Fermentation alcoolique (qd sucres totaux <5g/L) avec prélèvement pour microdistillation
➤ selon ARAC /producteur : nov /fev/mars/avril
- Fin de Maturation / distillation (ou 3 mois max)
- ✓ Distillation chez le producteur et à l'ARAC (Lot 3)

	Capelle		ARAC Capelle		Huet cuve 1		ARAC Huet cuve 1		Huet cuve 2		ARAC Huet cuve 2		Ducy		ARAC Ducy	
	code échantillon	Date														
1er prélèvement	C3P4T0	19/11/2018	C3P4T0	19/11/2018	C3P5T0	09/10/2018	C3P6T0	08/10/2018	C3P7T0	22/11/2018	C3P8T0	20/11/2018	C3P9T0	26/11/2018	C3P4T0	26/11/2018
2ème prélèvement	C3P4T1	21/11/2018	C3P4T1	21/11/2018	C3P5T1	08/10/2018	C3P6T1	08/10/2018	C3P7T1	26/11/2018	C3P8T1	26/11/2018	C3P9T1	19/11/2018	C3P4T1	19/11/2018
3ème prélèvement	C3P4T2	23/11/2018	C3P4T2	23/11/2018	C3P5T2	11/10/2018	C3P6T2	11/10/2018	C3P7T2	28/11/2018	C3P8T2	28/11/2018	C3P9T2	21/11/2018	C3P4T2	21/11/2018
4ème prélèvement	C3P4T3	26/11/2018	C3P4T3	26/11/2018	C3P5T3	15/10/2018	C3P6T3	15/10/2018	C3P7T3	30/11/2018	C3P8T3	30/11/2018	C3P9T3	23/11/2018	C3P4T3	23/11/2018
5ème prélèvement	C3P4T4	29/11/2018	C3P4T4	29/11/2018	C3P5T4	18/10/2018	C3P6T4	18/10/2018	C3P7T4	03/12/2018	C3P8T4	03/12/2018	C3P9T4	26/11/2018	C3P4T4	26/11/2018
6ème prélèvement	C3P4T5	03/12/2018	C3P4T5	03/12/2018	C3P5T5	22/10/2018	C3P6T5	22/10/2018	C3P7T5	06/12/2018	C3P8T5	06/12/2018	C3P9T5	29/11/2018	C3P4T5	29/11/2018
7ème prélèvement	C3P4T6	06/12/2018	C3P4T6	06/12/2018	C3P5T6	29/10/2018	C3P6T6	29/10/2018	C3P7T6	10/12/2018	C3P8T6	10/12/2018	C3P9T6	03/12/2018	C3P4T6	03/12/2018
8ème prélèvement	C3P4T7	10/12/2018	C3P4T7	10/12/2018	C3P5T7	05/11/2018	C3P6T7	05/11/2018	C3P7T7	13/12/2018	C3P8T7	13/12/2018	C3P9T7	06/12/2018	C3P4T7	06/12/2018
9ème prélèvement	C3P4T8	12/12/2018	C3P4T8	12/12/2018	C3P5T8	12/11/2018	C3P6T8	12/11/2018	C3P7T8	17/12/2018	C3P8T8	17/12/2018	C3P9T8	10/12/2018	C3P4T8	10/12/2018
10ème prélèvement	C3P4T9	02/01/2019	C3P4T9	02/01/2019	C3P5T9	19/11/2018	C3P6T9	19/11/2018	C3P7T9	02/01/2019	C3P8T9	02/01/2019	C3P9T9	17/12/2018	C3P4T9	17/12/2018
11ème prélèvement	C3P4T10	07/01/2019	C3P4T10	07/01/2019	C3P5T10	26/11/2018	C3P6T10	26/11/2018	C3P7T10	07/01/2019	C3P8T10	07/01/2019	C3P9T10	02/01/2019	C3P4T10	02/01/2019
12ème prélèvement	C3P4T11	14/01/2019	C3P4T11	14/01/2019	C3P5T11	28/11/2018	C3P6T11	03/12/2018	C3P7T11	14/01/2019	C3P8T11	14/01/2019	C3P9T11	07/01/2019	C3P4T11	07/01/2019
13ème prélèvement	C3P4T12	21/01/2019	C3P4T12	21/01/2019	C3P5T12	30/12/2018	C3P6T12	10/12/2018	C3P7T12	21/01/2019	C3P8T12	21/01/2019	C3P9T12	14/01/2019	C3P4T12	14/01/2019
14ème prélèvement	C3P4T13	28/01/2019	C3P4T13	28/01/2019	C3P5T13	02/01/2019	C3P6T13	17/12/2018	C3P7T13	04/02/2019	C3P8T13	28/01/2019	C3P9T13	21/01/2019	C3P4T13	21/01/2019
15ème prélèvement	C3P4T14	04/02/2019	C3P4T14	04/02/2019	C3P5T14	14/01/2019	C3P6T14	02/01/2019	C3P7T14	18/02/2019	C3P8T14	04/02/2019	C3P9T14	28/01/2019	C3P4T14	28/01/2019
16ème prélèvement	C3P4T15	11/02/2019	C3P4T15	11/02/2019	C3P5T15	28/01/2019	C3P6T15	07/01/2019	C3P7T15	04/03/2019	C3P8T15	11/02/2019	C3P9T15	04/02/2019	C3P4T15	04/02/2019
17ème prélèvement	C3P4T16	19/02/2019	C3P4T16	19/02/2019	C3P5T16	11/02/2019	C3P6T16	14/01/2019	C3P7T16	07/03/2019	C3P8T16	18/02/2019	C3P9T16	11/02/2019	C3P4T16	11/02/2019
18ème prélèvement	C3P4T17	04/03/2019	C3P4T17	25/02/2019	C3P5T17	25/02/2019	C3P6T17	21/01/2019	C3P7T17	25/02/2019	C3P8T17	25/02/2019	C3P9T17	18/02/2019	C3P4T17	18/02/2019
19ème prélèvement	C3P4T18	19/03/2019	C3P4T18	04/03/2019			C3P6T18	28/01/2019	C3P7T18	04/03/2019	C3P8T18	25/02/2019	C3P9T18	25/02/2019	C3P4T18	25/02/2019
20ème prélèvement	C3P4T19	02/04/2019	C3P4T19	11/03/2019			C3P6T19	04/02/2019	C3P7T19	11/03/2019	C3P8T19	04/03/2019	C3P9T19	04/03/2019	C3P4T19	04/03/2019
21ème prélèvement	C3P4T20	15/04/2019	C3P4T20	19/03/2019			C3P6T20	11/02/2019	C3P7T20	18/04/2019	C3P8T20	11/03/2019	C3P9T20	11/03/2019	C3P4T20	11/03/2019
22ème prélèvement	C3P4T21	29/04/2019	C3P4T21	25/03/2019			C3P6T21	18/02/2019	C3P7T21	01/04/2019	C3P8T21	14/03/2019	C3P9T21	18/03/2019	C3P4T21	18/03/2019
23ème prélèvement	C3P4T22	14/05/2019	C3P4T22	01/04/2019			C3P6T22	25/02/2019	C3P7T22	15/04/2019	C3P8T22	25/03/2019	C3P9T22	25/03/2019	C3P4T22	25/03/2019
24ème prélèvement	C3P4T23	23/05/2019	C3P4T23	08/04/2019			C3P6T23	04/03/2019	C3P7T23	29/04/2019	C3P8T23	29/04/2019	C3P9T23	08/04/2019	C3P4T23	08/04/2019
25ème prélèvement			C3P4T24	15/04/2019			C3P6T24	11/03/2019	C3P7T24	14/05/2019	C3P8T24	14/05/2019	C3P9T24	15/04/2019	C3P4T24	08/04/2019
26ème prélèvement			C3P4T25	24/04/2019			C3P6T25	19/03/2019	C3P7T25	27/05/2019	C3P8T25	27/05/2019	C3P9T25	15/04/2019	C3P4T25	15/04/2019
27ème prélèvement			C3P4T26	29/04/2019			C3P6T26	25/03/2019	C3P7T26	11/06/2019	C3P8T26	11/06/2019	C3P9T26	24/04/2019	C3P4T26	24/04/2019
28ème prélèvement			C3P4T27	06/05/2019			C3P6T27	01/04/2019	C3P7T27	24/07/2019	C3P8T27	24/07/2019	C3P9T27	28/04/2019	C3P4T27	28/04/2019
29ème prélèvement			C3P4T28	14/05/2019			C3P6T28	08/04/2019					C3P9T28	14/05/2019	C3P4T28	14/05/2019
30ème prélèvement			C3P4T29	20/05/2019			C3P6T29	15/04/2019					C3P9T29	27/05/2019	C3P4T29	27/05/2019
31er prélèvement			C3P4T30	27/05/2019			C3P6T30	24/04/2019					C3P9T30	13/06/2019	C3P4T30	13/06/2019
32e prélèvement			C3P4T31	03/06/2019			C3P6T31	29/04/2019					C3P9T31	24/06/2019	C3P4T31	24/06/2019
33e prélèvement			C3P4T32	11/06/2019			C3P6T32	06/05/2019					C3P9T32	14/06/2019	C3P4T32	14/06/2019
34ème prélèvement			C3P4T33	17/06/2019			C3P6T33	14/05/2019					C3P9T33	24/06/2019	C3P4T33	24/06/2019
34e prélèvement			C3P4T34	24/06/2019			C3P6T34	27/05/2019					C3P9T34	27/05/2019	C3P4T34	27/05/2019
35ème prélèvement							C3P6T35	11/06/2019					C3P9T35	11/06/2019	C3P4T35	11/06/2019
35e prélèvement							C3P6T36	18/06/2019					C3P9T36	18/06/2019	C3P4T36	18/06/2019

Bilans des analyses réalisées dans les différents volets du projet



Lots	Prélèvements	Echantillons traités	Analyses physico-chimiques	Analyses composés volatils
2		42x2 (EDV+microdistillats)		7200
3		65 fractions		5600
4 campagne 1	250	60+20 microdistillats	1500	5500
4 campagne 2	220	40+15microdistillats	650	4600

- Mise en forme des résultats en Fichier Base de données

MoNArC : Modulation des Notes aromatiques des Calvados



Patrick Legendre
Technicien LABÉO
Coordination du projet
Développement des méthodes d'analyse
Réalisation de prélèvements
Réalisation des analyses



Valérie Bouchart
Responsable d'unité RDI LABÉO
Coordination du projet



Justine Jean
CDD 18 mois
Développement des méthodes d'analyse
Réalisation des analyses



Henri Brugalières
CDD 6 mois
Réalisation des analyses

MoNArC : Modulation des Notes aromatiques des Calvados

Partenaires



Entreprises



Financeurs



Expertise & Prestataires

INRAE, AgroParis Tech, ESA, ARAC



MONARC : MODULATION DES NOTES AROMATIQUES DES CALVADOS



Source IDAC



Source IDAC